МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Метод определения фосфора

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination of phosphorus

ГОСТ 23862.34—79

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора (от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-3}$ %) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме церия и его двуокиси).

Метод основан на образовании восстановленной формы фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим измерением оптической плотности раствора на фотоэлектроколориметре.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный.
Плитка электрическая.
Стаканы химические.
Колбы мерные.
Стекла часовые.
Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 1.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дополнительно перегнанная в кварцевом приборе.
Кислота аскорбиновая, раствор с концентрацией 20 г/дм^3 (свежеприготовленный).
Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор с концентрацией 40 г/дм^3.
Калий сурьмяновиннокислый, раствор с концентрацией 3 г/дм^3.
Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75.

Стандартный раствор фосфора (запасной), содержащий 0,1 мг/см^3 фосфора, готовят растворением 0,0439 мг фосфорнокислого однозамещенного калия в воде и доводят объем раствора до метки водой в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Раствор фосфора (рабочий), содержащий 5 мкг/см^3 фосфора, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 20 раз.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы окиси РЗМ массой 2 г или соответствующее количество металла, переведенного в окись по ГОСТ 23862.0—79, помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1985 г. (ИУС 7—85).

gost.e-ecolog.ru

растворяют при умеренном нагревании в 25 см^3 соляной кислоты (1 : 1). Раствор упаривают досуха, остаток растворяют в 15 см^3 воды с добавлением 3,5 см^3 соляной кислоты (1 : 1). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доводят объем водой до метки. Отбирают пипеткой 12,5 см^3 раствора и переводят в другую мерную колбу вместимостью 25 см^3. В раствор приливают 0,6 см^3 раствора молибденовокислого аммония, обмывают горлышко колбы 3 см^3 воды и далее приливают 1,2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и 0,2 см^3 раствора сурьмяновиннокислого калия. После добавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают вращательным движением. Далее объем раствора доводят водой до метки, закрывают горлышко колбы кусочком кальки и тщательно перемешивают. По истечении 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max} \geq 630$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Раствор сравнения: к оставшейся в мерной колбе части раствора РЗЭ (12,5 см^3) приливают 1,2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и доводят водой до метки (при анализе окисей неокрашенных РЗЭ в качестве раствора сравнения можно использовать воду).

Одновременно с анализом пробы проводят через все стадии контрольный опыт на реактивы. Масса фосфора в контрольном опыте не должна превышать 0,5 мкг.

Массу фосфора определяют по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 вводят по 0,10; 0,30; 0,50; 1,0; 2,0 см^3 раствора фосфора, содержащего 5 мкг/см^3 фосфора, приливают 15 см^3 воды, 1,7 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 :1, 0,6 см^3 раствора аммония молибденовокислого, обмывают горлышко колбы 3 см^3 воды. Далее в колбу приливают 1,2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и 0,2 см^3 раствора сурьмяновиннокислого калия. После добавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают вращательным движением. Далее объем раствора доводят водой до метки, закрывают горлышко колбы кусочком кальки и тщательно перемешивают. По истечении 5 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max} \geq 630$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют воду.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график, нанося на оси ординат значение оптической плотности раствора, а на оси абсцисс — массу фосфора.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса фосфора в аликвотной части раствора пробы, мкг;

m_2 — масса фосфора в контрольном опыте, мкг;

m — масса анализируемой пробы в аликвотной части раствора, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Допускаемое расхождение, %
5i· 10^{-5}	5i· 10^{-5}
1i· 10^{-4}	$8 \cdot 10^{-5}$
$3 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
5i· 10^{-4}	$3 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$

gost.e-ecolog.ru